

論 文

## 高純度 Fe-Al-N 合金中の AlN の析出反応\*

八木 芳郎\*\* 福塚 淑郎\*\*\* 小川 陸郎\*\*\*

### Precipitation of AlN in High Purity Fe-Al-N Alloy

Yoshiro YAGI, Toshiro FUKUTSUKA, and Rikuo OGAWA

Synopsis:

High purity Fe-Al-N alloys were prepared using zone-refined iron (>99.99%), and precipitation process of AlN from solid solution was studied. Two kinds of specimens were prepared, one was as solution-treated and the other was as cold-worked after solution treatment of 1250°C×1 hr. After these specimens were annealed isochronally, the electrical resistivities were measured in liquid nitrogen. The result shows that large decreases of the resistivity are found in the temperature range from 400°C to 700°C, and the temperature of the decrease shifts to a lower side as the specimens are cold-worked. The specimens as solution-treated were isothermally annealed at the temperature range from 600°C to 700°C, where the large decrease of the resistivity was noted in the isochronal annealing, and their electrical resistivity and internal friction were measured. The results obtained are as follows;

- (1) Activation energy of this process is found 53 kcal/mol.
- (2) In this process exists some incubation period for nucleation.
- (3) The apparent order of this chemical reaction  $\gamma$  derived from  $-dn/dt = n^\gamma K$  is found to be about unity.
- (4) Normalized resistivity change coincides with normalized change of N Snoek peak.

From these results, it may be deduced that the large decrease of the resistivity can be attributed to the precipitation of AlN, that the rate of the process is controlled by the diffusion of Al atoms in  $\alpha$ -iron, and that the process can be expressed by an equation of chemical reaction,  $Al + N \rightarrow AlN$ , with unequal initial concentrations of reactants. The last deduction was confirmed by experiments of a lower Al content alloy (Fe-0.02 Al-N).

(Received May 6, 1970)

## 1. 緒 言

アルミキルド鋼中の AlN の析出挙動ならびにそれらと再結晶集合組織との関連については数多くの研究がなされているが<sup>1)~10)</sup>, その本質については不明確な点が多い。これは再結晶集合組織の研究結果から AlN の析出挙動を推察する立場の研究はよくなされているが, AlN の析出挙動のみに着目した研究は数少なく, その析出挙動に関して不明確な点が数多く残されているためではないと思われる。とくに最近, AlN の析出の初期段階が実用的に重要であることが指摘されているが<sup>3)9)</sup>, この本質については確証が得られていない。そこで本研究では他の不純物の影響を除くために帯域精製した高純度鉄を素材にして Fe-Al-N 希薄合金を作り, その合金中での AlN の析出の機構を明らかにすることを目的として一連の実験を行なった。本報ではまず高温で溶体化

処理して Al と N を固溶状態にした後, 水焼入れした試料を  $\alpha$  域で焼鈍することによって AlN を析出させ, その過程を電気抵抗および内部摩擦で追求した結果を報告する。

## 2. 試料および実験方法

素材に使用した高純度鉄は湿潤水素と乾燥水素中で交互に 5 回帯域精製した純度 99.99% 以上のもので, この分析例を Table 1 に示す。

この高純度鉄 (15 mm  $\phi$  棒) に等間隔に穴をあけ, その中に 4.96% Al-Fe 母合金 (99.999% Al と高純度鉄をアルゴン中でアーク溶解して作った) を目標成分にな

\* 昭和44年10月 日本金属学会にて発表  
昭和45年5月16日受付

\*\* (株)神戸製鋼所, 浅田基礎研究所 工博

\*\*\* (株)神戸製鋼所, 浅田基礎研究所

Table 1. Example of chemical composition of zone-melted iron.

	B	Mg	P	S	Ca	Ti	V	Cr	Mn
ppm	0.07	0.2	2	1	4	0.07	0.06	4	3
	Co	Ni	Cu	Zn	Ge	As	C	O	N
ppm	24	1	12	0.2	0.1	4	<10	10	3

るように等量ずつ埋め込み、それを  $N_2+H_2$  混合ガス雰囲気中で  $1.6 \text{ mm/min}$  の速さで帯域溶融することにより、Al と N を同時に添加した。比較材として帯域精製した高純度鉄のみを  $N_2+H_2$  混合ガス中で帯域溶融して Fe-N 合金を作った。また後述するように、Al 含有量の少ない Fe-0.02 Al-N 合金を比較試験材として用いたが、これは  $1.8 \text{ mm}\phi$  の高純度 Fe-0.02% Al 合金を  $N_2+H_2$  混合ガス中で  $1100^\circ\text{C}\times 48 \text{ hr}$  加熱することにより窒化して製作した。これらの合金の化学成分を Table 2 に示す。

得られた棒状試料 ( $15 \text{ mm}\phi \times 160 \text{ mm}$ ) を  $1000^\circ\text{C}$  に加熱して鍛造し、厚さ  $6 \text{ mm}$  の板材とし、これより切り出した角棒をスエージ加工および伸線加工して  $1.82 \text{ mm}\phi$ 、 $1.25 \text{ mm}\phi$  および  $1.00 \text{ mm}\phi$  の線を製作した。溶体化処理はそれぞれの線を内径  $4 \text{ mm}\phi$ 、厚さ  $0.7 \text{ mm}$  の石英管中に  $100 \text{ mmHg}$  の He ガスとともに封入し、 $1250^\circ\text{C}\times 1 \text{ hr}$  の加熱後氷水中に焼入されることにより行なつた。溶体化処理後  $1.0 \text{ mm}\phi$  の線はそのまま、 $1.25 \text{ mm}\phi$  の線には  $3.3\%$  の引張り加工を、 $1.82 \text{ mm}\phi$  の線には  $68.6\%$  の伸線加工を施した後、等時焼鈍、等温焼鈍を行なつた。等時焼鈍のための熱処理は低温ではオイルバス、高温では堅型真空焼入れ炉を使用した。なお、この堅型真空焼入れ炉は真空中で試料を加熱し、そのまま、 $0^\circ\text{C}$  に冷却されたオイル中に焼入れることのできる炉で、試料を酸化させずに熱処理ができるように特別に設計された炉である。等温焼鈍のための熱処理には昇温速度を大きくするため、細い石英管に試料と He ガスを真空バルブで封入できる器具を作り、ソルトバスを用いて加熱した。このとき、室温より  $700^\circ\text{C}$

Table 2. Chemical composition of Fe-Al-N and Fe-N alloys.

	Al ppm	N ppm
Fe-0.09 Al-N	900	100
Fe-0.02 Al-N	210	130
Fe-N		110

までの昇温時間および  $700^\circ\text{C}$  から  $0^\circ\text{C}$  までの冷却時間はいずれも約  $30 \text{ sec}$  であつた。

測定は主として電気抵抗、内部摩擦によつた。電気抵抗測定は液体窒素中での電気抵抗値を通常の 4 端子法により、電位差計によつて測定した。それらの試料長さは、等時焼鈍では  $200 \text{ mm}$ 、等温焼鈍ではソルトバスの均熱長さの関係で  $130 \text{ mm}$  とした。内部摩擦測定装置は逆吊り振り振動型で、 $1 \text{ mm}\phi \times 180 \text{ mm}$  の試料を使用し、 $10 \text{ mmHg}$  の He ガス中で測定した。この合金の内部摩擦の磁場依存性を測定した結果、 $100 \text{ Oe}$  の磁場で磁壁の運動を十分抑えられることがわかつたので、実験はつねに  $100 \text{ Oe}$  の磁場中に行なつた。測定周波数は  $0.7 \text{ cps}$  である。

### 3. 実験結果

#### 3.1 等時焼鈍の結果

Fe-0.09 Al-N 合金の溶体化処理した  $1 \text{ mm}\phi$  の試料 (試料 A)、溶体化処理した  $1.25 \text{ mm}\phi$  の線に  $3.3\%$  の引張り歪を加えた試料 (試料 B)、溶体化処理した  $1.82 \text{ mm}\phi$  の線を常温で  $68.6\%$  の伸線加工した試料 (試料 C)、の 3 種類の試料を  $10^\circ\text{C}/10 \text{ min}$  の条件で等時焼鈍して液体窒素中で電気抵抗を測定した。その結果を Fig. 1 に示す。図は溶体化処理状態の比抵抗の値を基準にして、熱処理を施した後の比抵抗値との差を各処理温度に対して示したものである。曲線 A, B, C, はそれぞれ試料 A, B, C についての結果である。曲線 A, B において、低温側にみられるいくつかの stage は鉄の窒化物の生成、分解によるもので、最初の低下は準安定窒化物  $Fe_3N$ 、つぎの低下は安定窒化物  $Fe_4N$  の析出によるものである<sup>11)</sup>。比較材 Fe-N 合金において安定窒化物の析出がみられないのは N 量が少ないためであろう。これらの窒化物は  $500^\circ\text{C}$  (B では  $460^\circ\text{C}$ ) で完全に再固溶してしまう。さらに  $600^\circ\text{C}$  より (B では  $560^\circ\text{C}$ ) AlN の析出によると思われる大きな比抵抗の低下が観察される。A では  $700^\circ\text{C}$  を越えると生成した AlN の再固溶と思われる比抵抗の上昇がおこる。曲線 C においては鉄窒化物の生成の挙動は他の 2 つのものとは異なつてお

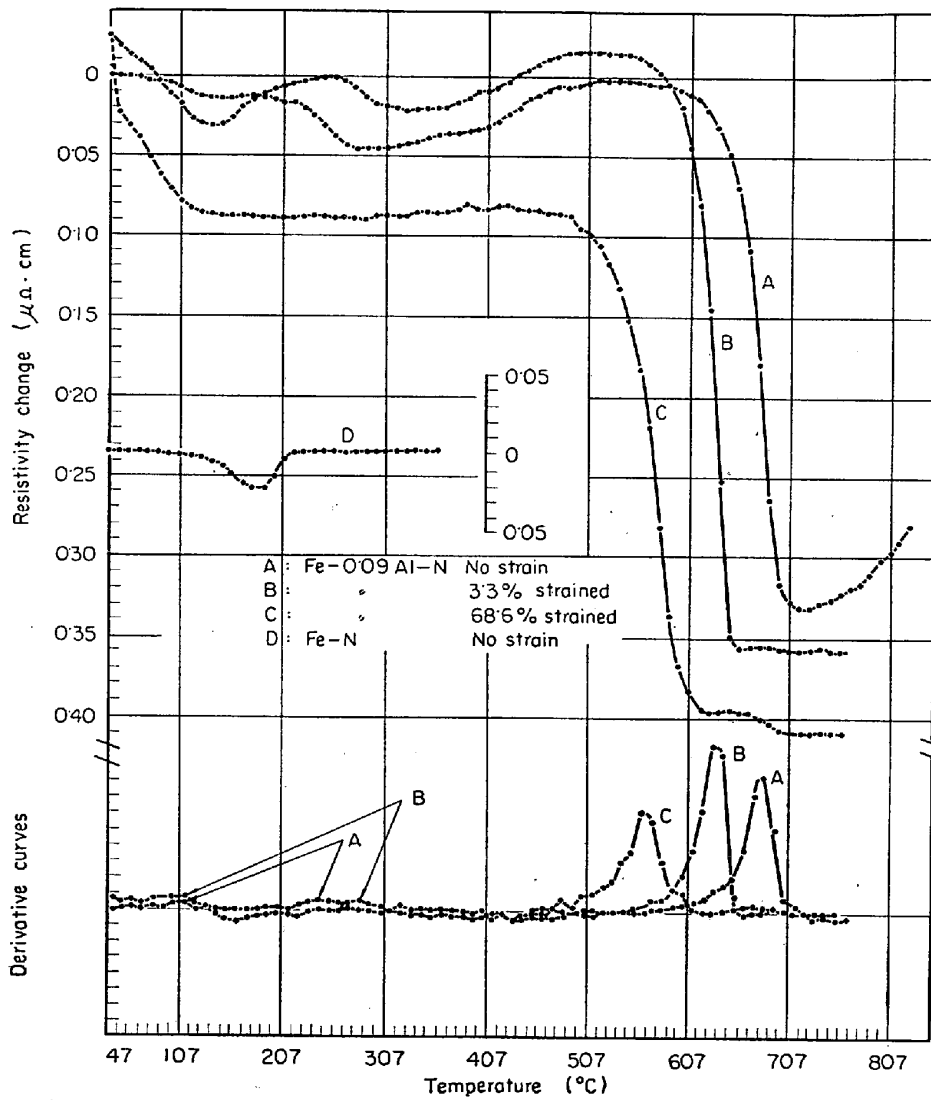


Fig. 1. 10°C-10<sup>5</sup>min isochronal annealing curves of quenched Fe-0.09 Al-N and Fe-N alloys.

Table 3. Snoek peak of Fe-0.09 Al-N specimen isothermally annealed at 647°C.

	Sol. tr.	120 min	240 min	422 min
$Q^{-1}_{max} N \times 10^3$	4.13 (52.0)	3.64 (45.8)	2.16 (27.2)	0.15 (1.8)
$Q^{-1}_{max} C \times 10^3$	1.60 (21.7)	2.02 (27.5)	1.63 (22.2)	1.51 (20.5)

( ) ppm

り、歪時効による低下の後、140°Cより400°Cまで小さな変動はあるがほぼ一定値が続いて、その後の再固溶をせずに480°C付近よりAlNの析出によると思われる大きな低下が起こり、さらに670°Cで小さな低下が続いて起こるのが観察された。この比抵抗の大きな低下は試料に歪を加えると低温側に移動するのがわかる。

### 3.2 等温焼鈍の結果

溶体化処理した後の試料(試料A)について、Fig. 1で大きな比抵抗の低下が観察された600°Cから720°Cの間で等温焼鈍を行なった。その結果をFig. 2に示す。最初に大きな比抵抗の低下があり、その後、長時間の焼鈍により比抵抗はゆるやかに低下する。Fig. 2は溶体化処理後の比抵抗値と、最初の大きな変化の終了点の比抵抗値との差を1として、各測定点の比抵抗値の変化を規格化したものである。最初の大きな変化の終了後、ゆるやかに低下する2段目の変化は各温度で一定した傾向を示さない。電顕観察例はまだ不十分で断定的なことは述べられないが、707°Cの等温焼鈍において、比抵抗が大きく低下する途中ではAlNの析出物はみられなかったが、670 minの焼鈍をした試料では制限視野回折でAlNと同定される析出物が観察された。この時間は最初の変化が終わった時間である。したがって最初の変化はAlN

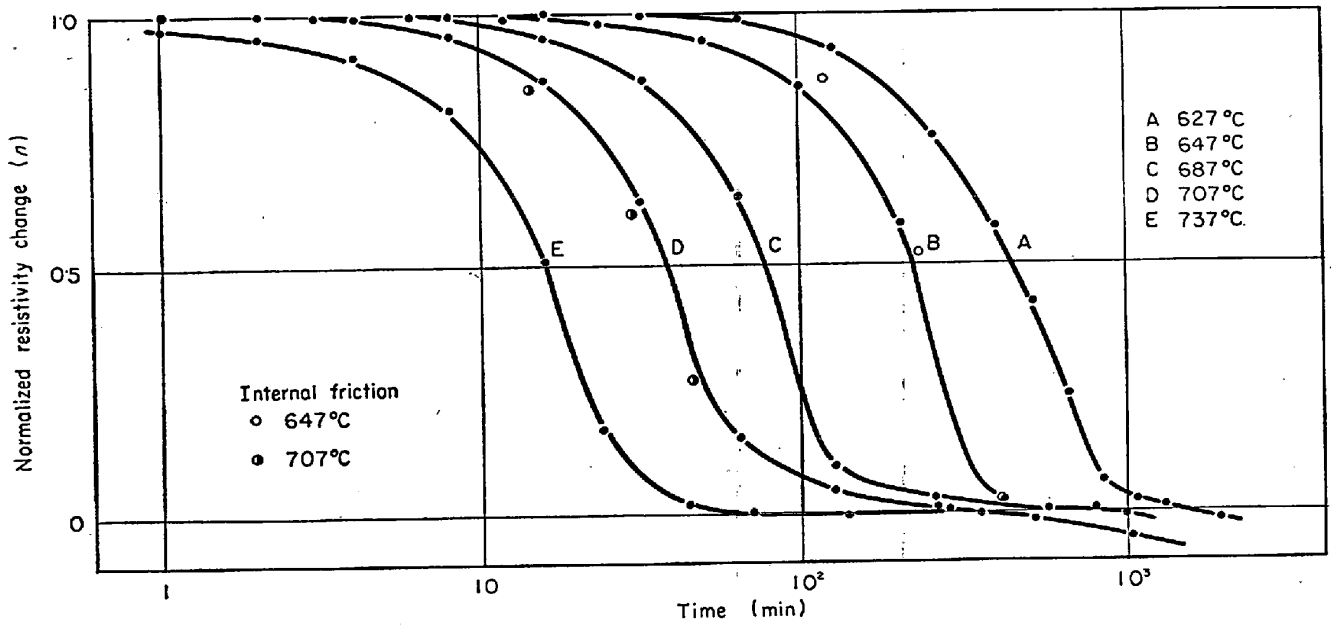


Fig. 2. Isothermal annealing curves of quenched Fe-0.09Al-N alloys.

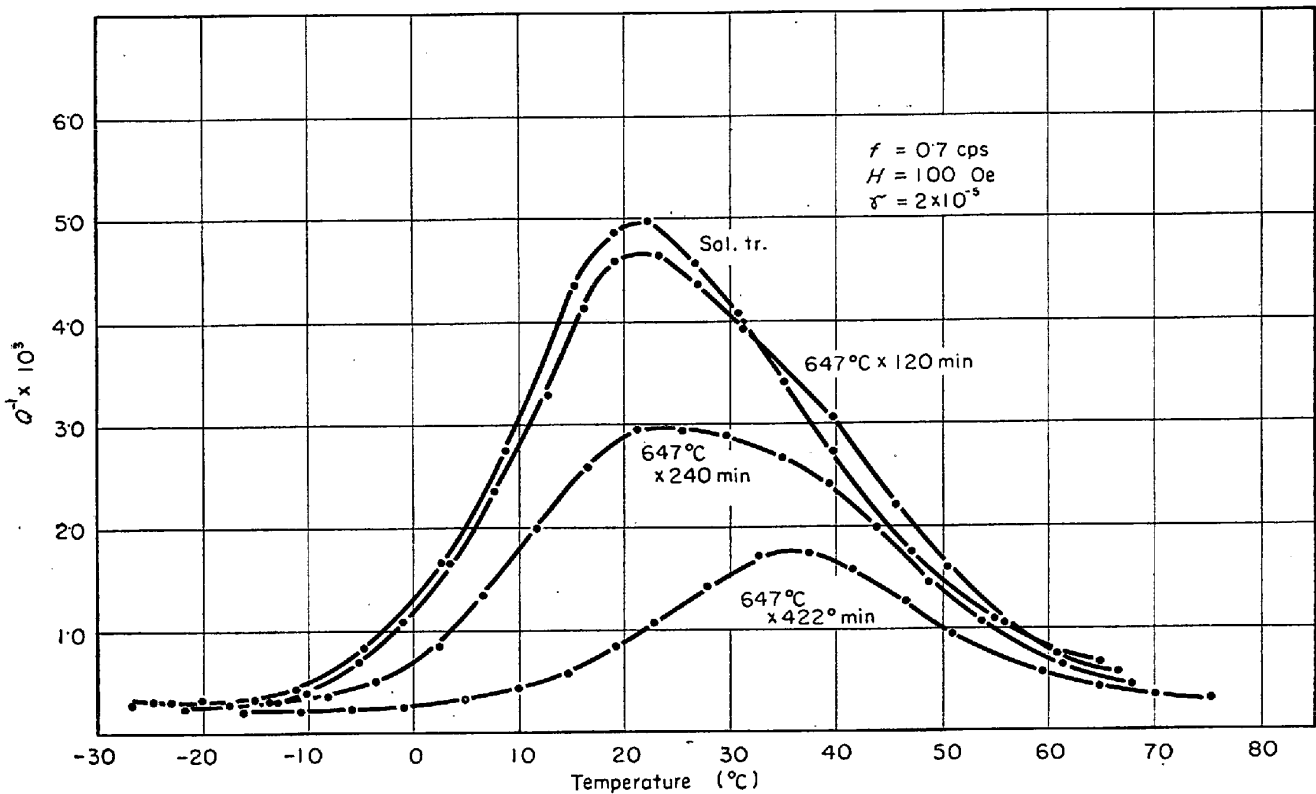


Fig. 3. Snoek peaks of Fe-0.09Al-N alloy in 647°C isothermal annealing.

の析出によると考えられる。2段目の変化が何によるのか明らかでないが、一部で報告されている復元現象<sup>5)12)</sup>はFig. 2の等温焼鈍曲線では観察されなかった。

●, ○点は内部摩擦測定による固溶N量の変化を示したものである。この固溶N量は各試料について得られた Snoek peak の形状が溶質原子 Al の存在によつて変化

しないと仮定して、最小自乗法によつて C の Snoek peak と N の Snoek peak に分離して求めた。Fig. 3に 647°Cの等温焼鈍における Snoek peak の変化を示す。647°C × 422 minではほぼCの単一緩和 peak になる。素材のC量は化学分析では 10 ppm 以下であるが、内部摩擦測定で約 20 ppm と増加しているのは、溶解、線引

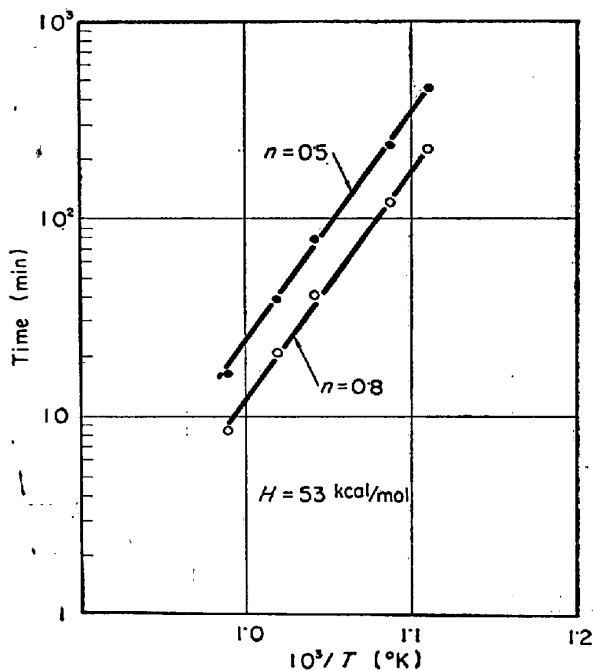


Fig. 4. Determination of activation energy by "cross-cut" method.

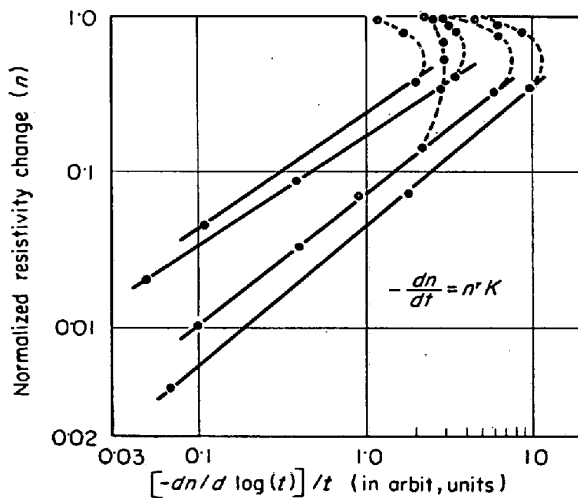


Fig. 5. Determination of the order of reaction by  $-dn/dt = n^r k$ .

き時の汚染によるものであろう。Table 3に分離した結果を示す。( )内は実験式を使つて求めたNおよびCの固溶量である。

647 $^{\circ}C \times 120 \text{ min}$ でのC量の増加は異常である。これは後述するように低Al濃度材においても観察された。この時間以外ではC量はほぼ一致した値を示すので、Al原子によるSnoek peak形状の変化は、最初に仮定したように無視できるほど小さいと考えられるが、析出のごく初期の状態では無視できない状態になるのではないかと想像されるが、その原因は不明である。

Fig. 2の結果より、規格化した比抵抗変化と固溶N量の変化とがほぼ一致することがわかる。最初のAlの濃度を $n_1$ 、Nの濃度を $n_2$ 、単位濃度あたりのAlの電気抵抗寄与を $\Delta\rho_1$ 、Nのそれを $\Delta\rho_2$ 、ある時間後、Al固溶量が $X$ 、N固溶量が $Y$ だけ減少したとすると、比抵抗の低下は $X\Delta\rho_1 + Y\Delta\rho_2$ である。いま考えているstageの終わりで内部摩擦測定による固溶N量がほぼ0になること、AINの析出物が電顕によつて確認されたことから、NはすべてAINになつていてと考えられるので、比抵抗の総低下量は

$$n_1\Delta\rho_1 + n_2\Delta\rho_2 - (n_1 - n_2)\Delta\rho_1 = n_2(\Delta\rho_2 + \Delta\rho_1)$$

$n_2$ として55 ppm (0.024 at %);  $\Delta\rho_2$ として $7.0 \mu\Omega\text{cm/at\%}^{13)}$ ,  $\Delta\rho_1$ として $6.0 \mu\Omega\text{cm/at\%}$  (本実験に使用した試料の比抵抗値より概算した)をとると $n_2(\Delta\rho_2 + \Delta\rho_1) = 0.31 \mu\Omega\text{cm}$ である。Fig. 2に示した等温焼鈍における比抵抗の総低下量の平均は $0.36 \mu\Omega\text{cm}$ であつた。また、ある時間後の比抵抗の減少率と固溶Nの減少率とがほぼ一致するから $(X\Delta\rho_1 + Y\Delta\rho_2)/(n_2(\Delta\rho_2 + \Delta\rho_1)) = X/n_2$ である。これより $X=Y$ が得られる。この結果、この過程は最終的にAINが生成されるとするとAlとNが1対1に反応しているものと考えられる。

#### 4. 考 察

##### 4.1 活性化エネルギー

Fig. 2の等温焼鈍曲線からcross cut法によつて反応の活性化エネルギーを求めた<sup>14)</sup>。このときの $\log t : 1/T$  ( $^{\circ}K$ )の関係はFig. 4に示すように直線関係となる。図中の $t$ は反応がそれぞれ $n=0.5$ 、または $n=0.8$ まで進む時間、 $T$ は等温焼鈍の絶対温度である。これより得られた活性化エネルギーは53 kcal/molである。 $\alpha\text{Fe}$ 中でのAlの拡散の活性化エネルギーとして、報告例は少ないが56 kcal/molが与えられている<sup>15)</sup>。後述するように、この反応はその初期に遅滞現象を含むため $-dn/dt = F(n)K$ と単純に示されず、したがつて厳密にはcross cut法は使えない。しかし、Fig. 4に示すように、 $\log t$ と $1/T$ の間で直線関係が得られることは、この反応はある時間経過後は、近似的に上式に従う反応であると考えられ、おおよその反応の活性化エネルギーはこの方法で求められるものと考えられる。したがつてこの反応は $\alpha\text{-Fe}$ 中でのAlの拡散が律速過程になつている反応であると考えられよう。

##### 4.2 反応次数

Fig. 2の結果をFujita, Damask<sup>16)</sup>にしたがつて $-dn/dt = n^r k$ の式で解析して反応次数を求めたものがFig. 5である。この結果、直線部分の勾配より求めた反応次数

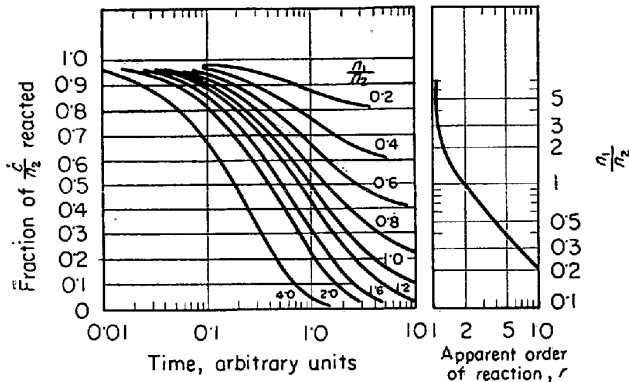
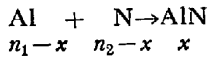


Fig. 6. Bimolecular decay for unequal initial concentration of reactants (FUJITA and DAMASK).

は  $r=1.1\sim 1.4$  であつた。また反応のごく初期には反応の遅滞現象の存在すること、すなわち最初に析出の核生成のための潜伏期間があることが推察できる。この過程では Al の拡散が律速過程になっていることが推察されるが、これらの温度では N はもつと容易に拡散できるから N も移動していることが予想される。Al と N の両方が動いて反応次数が 1 になることはつぎのように説明される。規格化した比抵抗曲線と固溶 N 量の変化とが一致したことは前述のように Al と N が 1 対 1 に反応しているものと考えられるから反応は次式によつて示される。



$$-dx/dt = (n_1 - x)(n_2 - x)K$$

$$\text{この式より } Kt = [1/(n_1 - n_2)] \cdot \ln \left\{ \frac{(n_1/n_2) - 1 + (c/n_2)}{(n_1/n_2)(c/n_2)} \right\}$$

$$\text{ただし } x = n_2 - c$$

$K=1$  として、この式を  $n_1/n_2$  の種々の値に対して描いたものが Fig. 6 である<sup>16)</sup>。これらの曲線を  $-dn/dt = n^r K$  の式で解析してみかけの反応次数を求めると反応次数は  $n_1/n_2$  によつて変化する。この実験で使用した材料では Al の固溶初期濃度  $n_1$  は N の固溶初期濃度  $n_2$  より相当大きいのでみかけの反応次数が 1 に近くなつたものと考えられる。すなわちこの反応過程では上記の反応にしたがつて AlN が生成されているものと推察される。

### 4.3 Fe-0.02Al-N 合金との比較

前節の考え方を確かめるため Al 濃度の低い試料を用いて実験した。Fig. 7 は溶体化処理した Fe-0.02Al-N 合金の 707°C での等温焼鈍における規格化した電気抵抗変化および内部摩擦測定による固溶 N 量の変化である。

(試料は Fe-0.09Al-N 合金と同じ溶体化処理をほどこしたものである。) Al 濃度が低くなると析出はかなりおくれることがわかる。○点は内部摩擦測定による固溶 N 量の変化を示すが、溶体化処理した後の固溶 N 量を 1 として各測定点の比を示してある。この合金では Fe-0.09Al-N 合金と異なり規格化した比抵抗変化は固溶 N 量の変化と一致しない。これは最終状態で固溶 N が残る反応であるためである。そこで○点を規格化し直して、溶体化処理直後の固溶 N 量と最終状態の固溶 N 量の差を 1 として各測定点を規格化すると図中の△点となり、規格化した比抵抗変化と反応のごく初期を除いてよく一致する。3.2 で述べたのと同様の計算で、この場合も Al と N が 1 対 1 に反応しているのがわかる。4.2 と同様の方法で反応次数を求めたものが Fig. 8 である。図の直線の勾配より求めた反応次数は、固溶 N 量の変化 (Fig. 8 の○点) から求めると  $r \approx 2.6$ 、比抵抗変化 (Fig. 8 の●点) から求めると  $r \approx 1.4$  となつた。この Fe-0.02Al-N

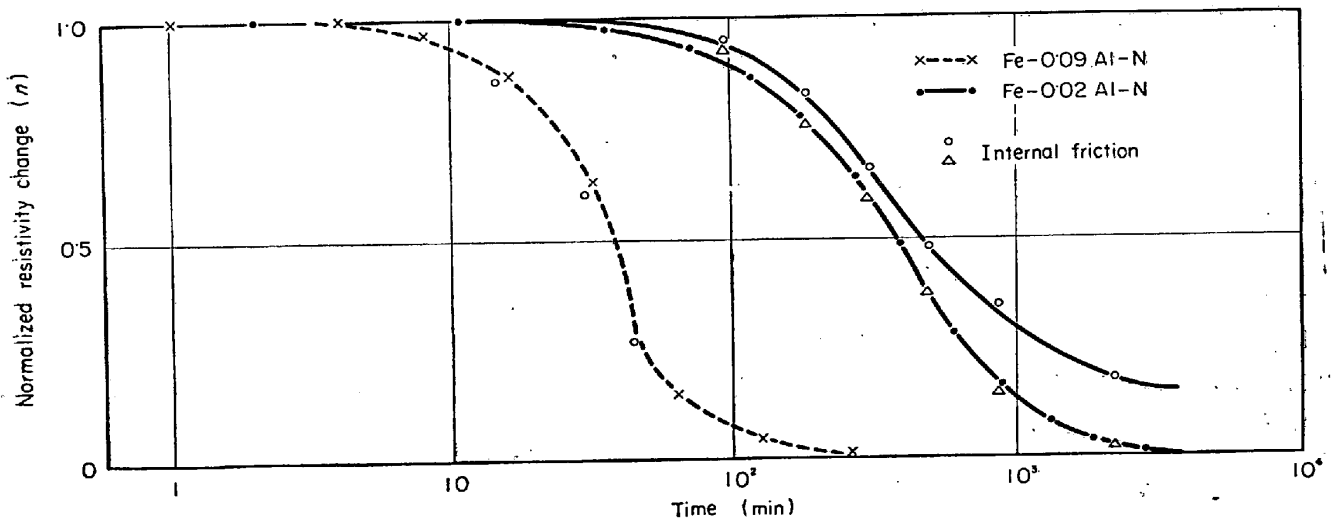


Fig. 7. Isothermal annealing curves of quenched Fe-0.02Al-N alloy at 707°C.

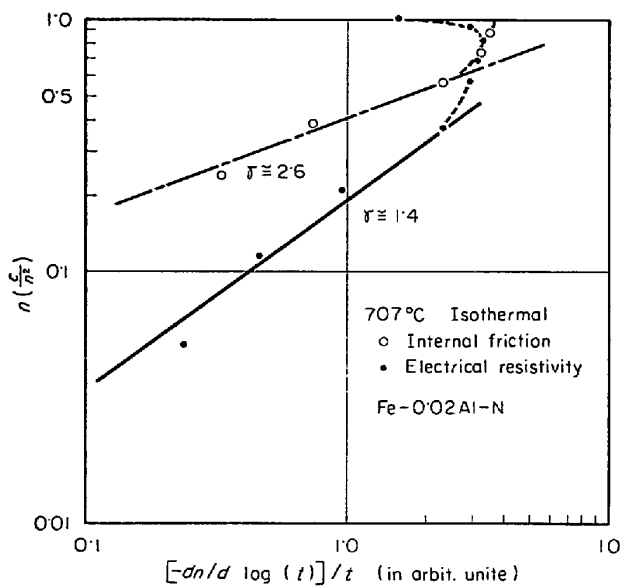


Fig. 8. Determination of the order of reaction by  $-dn/dt = n^r k$ . Fe-0.02 Al-N alloy.

合金の場合、固溶 Al 原子数より固溶 N 原子数の方が多く、焼戻し処理をした後、Al 原子はすべて N 原子と結合すると考えると、Fig. 7 より溶体化処理したときの固溶 N 量の約 85% が反応して AlN になったと考えられる。したがって Al と N の初期濃度比 ( $n_1/n_2$ ) は  $n_1/n_2 \approx 0.85$  であつたと考えられる。これを使って Fig. 6 (Fig. 6 の右側のグラフ) よりみかけの反応次数を求めると  $r \approx 2.2 \sim 2.4$  となり、ほぼ上述の値と一致する。また比抵抗変化は固溶 Al 量の変化を示していると考えられるから、N と Al の初期濃度比 ( $n_2/n_1$ ) は  $n_2/n_1 \approx 1.2$  を使い、Fig. 6 を  $n_2$  と  $n_1$  を入れ換えた固溶 Al 量の変化についての図と考えてみかけの反応次数を求めると  $r \approx 1.6 \sim 1.8$  となり、この場合もほぼ上述の比抵抗変化より求めた  $r$  と一致する。以上のことはおおよそ Fig. 8 の結果を説明しているものと思われる。すなわち AlN の析出過程は初期濃度の異なる 2 次反応式によつてほぼ説明できるものと考えられよう。

Table 4 に計算により分離した N Snoek peak および C Snoek peak の最大値の変化を示す。

3.2 で述べたように、この合金においても C の Snoek peak は析出の初期で上昇している。この析出のごく初期において、Fig. 7 でわかるように、内部摩擦による固溶 N 量の変化 ( $\Delta$ 点) と規格化した比抵抗変化とは一致していない。このことと何らかの関連があるのかもしれないが原因は明らかでない。

## 5. 結 言

帯域精製した高純度鉄を素材とする Fe-Al-N 合金中

Table 4. Snoek peak of Fe-0.02 Al-N alloy isothermally annealed at 707°C.

	Sol. tr.	94 min	305 min	490 min	866 min
$Q_{\max N}^{-1} \times 10^3$	6.32 (79.9)	5.98 (75.3)	4.14 (52.2)	2.98 (37.5)	2.23 (38.1)
$Q_{\max C}^{-1} \times 10^3$	0.99 (13.5)	1.66 (22.6)	1.00 (13.6)	0.90 (12.2)	1.16 (15.6)

の AlN の析出過程を調べつぎの結果を得た。

(1) 等時焼鈍した Fe-0.09 Al-N 合金の比抵抗変化の測定によつて 650°C 付近で大きな比抵抗の低下が観察されたが、これは AlN の析出に対応するものであることがわかつた。

(2) この AlN の析出反応は、反応の活性化エネルギーより、 $\alpha$ -Fe 中での Al の拡散が律速過程になっていることが推察された。また、この反応は、核生成、成長の反応で、反応のごく初期を除いて  $Al + N \rightarrow AlN$  の反応であらわされるものと考えられる。

(3) 電顕直接観察によつて、この過程の途中では析出物は確認されなかつた。この過程はいわゆる AlN の "cluster" 生成過程を含むものであろうが、この反応が上式の  $Al + N \rightarrow AlN$  であらわされるところから、"cluster" は Al と N が 1 対 1 に結びついたものと考えられる。また本実験の等温焼鈍曲線には、安定な AlN が析出するまでに一部に報告されている還元現象は観察されなかつた。

(4) 低 Al 濃度の合金においては、同一温度では Al 量の多い合金に比して析出はかなりおくれるが、やはり  $Al + N \rightarrow AlN$  の初期濃度の異なる 2 次反応として解釈でき、(2) の解釈を裏付けることができた。

最後に本研究を進めるにあたりご指導いただいた当社浅田基礎研究所所長浅田常三郎博士に厚く謝意を表します。

## 文 献

- 1) W. C. LESLIE, R. L. RICHETT, C. L. DOTSON, and C. S. WALTON: Trans. ASM, 46 (1954), p. 1470
- 2) H. R. GOODENOW: Trans. ASM, 59 (1966), p. 804
- 3) 阪本: 日本金属学会誌, 34 (1970), p. 71
- 4) 花井, 秋末: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 345
- 5) 市山, 小泉, 吉田, 渡辺, 西海: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1229
- 6) 青木, 関野, 藤島: 日本金属学会誌, 26 (1962), p. 628
- 7) 長谷部: 鉄と鋼, 47 (1962), p. 18
- 8) 中村, 深川: 材料科学, 1 (1964), p. 273, 2

- (1965), p. 30, 3 (1966), p. 65
- 9) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 10) C. A. STICKEL: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 1295
- 11) T. OI and K. SATO: Trans. JIM, 7 (1966), p. 129
- 12) F. A. HULTGREN: Blast Furn. Steel Pl., 2 (1968), p. 149
- 13) H. WAGENBLAST and S. ARAJS: Physica Status Solidi, 26 (1968), p. 409
- 14) A.C. DAMASK and G. J. DIENES: Point Defects in Metals (1963), New York, Gordon and Breach
- 15) P. GRÖBNER: Hüttnische Listy, 10 (1950), p.200, Metal Reference Book
- 16) F. E. FUJITA and A. C. DAMASK: Acta Met., 12 (1964), p. 331
-